

DERWENT-ACC-NO: 1988-068468

DERWENT-WEEK: 198810

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Prepn. of lubricating composite member - using expanded graphite powder capable of moulding into any desirable shape with a high surface strength

PATENT-ASSIGNEE: NIPPON KOKUEN KOGYO[NIKON]

PRIORITY-DATA: 1986JP-0165630 (July 16, 1986)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 63023993 A	February 1, 1986	N/A	004	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 63023993A	N/A	1986JP-0165630	July 16, 1986

INT-CL (IPC): C04B026/02, C08K009/04, C08L101/00, C10M101/02, C10M103/02, C10M107/32, C10M111/04, C10N020/02, C10N030/06

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 63023993A

BASIC-ABSTRACT:

In its new prepn., natural graphite, kish graphite or artificial graphite is wet-oxidised, expanded by heat treatment at high temperatures ground to obtain an expanded graphite powder with a bulk specific gravity of 0.01-0.50.

Then (A) 5-99.5 wt. parts of the graphite powder is surface-treated with (B) 0.5-95.0 wt. parts of one lubricating oil of turbine oils, machine oils, spindle oils and bearing oils to obtain ground prod. of the (A + B) surface-treated expanded graphite.

0.5-90.0 wt. parts of ground prod. is blended with (C) 10-99.5 wt. parts of one organic binder of thermosetting resins including phenol, melamine, epoxy and polyimide, and thermoplastic resins including polyphenylene sulphide, polyacetal, PTFE, nylon 6, nylon 11 and polyurethane.

ADVANTAGE - The expanded graphite powder has good strength and good liq. retention. It is capable of moulding into any desirable shape with a high surface strength. Members made of the powder had a coefft. of friction of

0.01-0.16 and a radial crushing strength of 0.4 kg/square mm or greater.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

**TITLE-TERMS: PREPARATION LUBRICATE COMPOSITE MEMBER EXPAND GRAPHITE
POWDER**

CAPABLE MOULD SHAPE HIGH SURFACE STRENGTH

ADDL-INDEXING-TERMS:

**POLYIMIDE POLYPHENOL POLYPHENYLENE SULPHIDE POLYSULPHIDE
POLYACETAL**

PTFE FLUOROETHYLENE POLYURETHANE

DERWENT-CLASS: A81 H07 L02

CPI-CODES: A12-A05; A12-H10; A12-W02A; H07-D; L02-H04;

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1778U

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

**Key Serials: 0013 0016 0020 0210 0231 0947 1275 1276 1277 1280 1282 1283 1285
1294 1403 1511 1737 1804 1818 1920 2020 2631 2658 2682 2685 2707 2749 2751**

**Multipunch Codes: 014 028 04- 05- 062 064 080 087 138 139 140 141 148 150 151
155 156 163 180 185 189 192 193 225 226 231 27- 322 37& 473 546 551 567 569 597
599 609 623 629 631 644 681 684 688 723**

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1988-030987

PAT-NO: JP363023993A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 63023993 A

TITLE: LUBRICATING COMPOSITE MEMBER OBTAINED BY USING EXPANDED GRAPHITE POWDER AND PRODUCTION THEREOF

PUBN-DATE: February 1, 1988

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

DOI, TEI

SHIBA, SATOSHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

NIPPON KOKUEN KOGYO KK

N/A

APPL-NO: JP61165630

APPL-DATE: July 16, 1986

INT-CL (IPC): C10M111/04, C04B026/02 , C08K009/04 , C08K009/04 , C08L101/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a lubricating composite member which has excellent moldability and gives molded products having excellent lubricating properties, surface strength, etc., by immersing expanded graphite powder having a low specific gravity in a lubricating oil treat the surface thereof and homogeneously mixing it with a synthetic resin binder.

CONSTITUTION: Natural graphite, kish graphite, artificial graphite, etc. are oxidized by a wet process and heat-treated at a high temp. to expand it and the expanded graphite is crushed to obtain expanded graphite powder having a bulk density of $0.01 \sim 0.5$. $5 \sim 99.5$ wt.% said powder is immersed in $95 \sim 0.5$ wt.% lubricating oil such as turbine oil, machine oil, spindle oil, etc., to treat the surface thereof. The surface-treated expanded graphite is crashed and $0.5 \sim 90$ wt% crushed product is homogeneously mixed with $99.5 \sim 10$ wt% org. binder composed of a thermosetting resin such as a phenolic resin, a melamine resin, an epoxy resin, etc., or a thermoplastic resin such as polyphenyl sulfide, polyacetal, nylon 6, etc., to obtain the title lubricating

composite member.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-23993

⑮ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)2月1日

C 10 M 111/04

C 04 B 26/02

C 08 K 9/04

CAM
KCP

6692-4H

Z-6865-4G

A-6845-4J

C 08 L 101/00

//C 10 M 111/04

107:32

107:44

107:46

107:34

107:38

103:02

101:02)

C 10 N 20:06

30:06

6692-4H

Z-6692-4H

6692-4H

Z-8217-4H

審査請求 未請求 発明の数 2 (全4頁)

⑭ 発明の名称 膨脹黒鉛粉末を利用した潤滑性複合部材とその製造方法

⑯ 特 願 昭61-165630

⑰ 出 願 昭61(1986)7月16日

⑱ 発 明 者 土 肥 禎 滋賀県大津市田辺町7番11号

⑲ 発 明 者 芝 聡 滋賀県大津市唐橋町19番6号

⑳ 出 願 人 日本黒鉛工業株式会社 滋賀県大津市唐橋町9番22号

㉑ 代 理 人 弁理士 杉村 暁秀 外1名

明 細 書

1. 発明の名称 膨脹黒鉛粉末を利用した潤滑性複合部材とその製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 天然黒鉛、キッシュ黒鉛、人造黒鉛を湿式酸化し、高温熱処理して膨脹させ、解砕して得られる(a)嵩比重0.01~0.50の膨脹黒鉛粉末5~99.5重量%を、タービン油、マシン油、スピンドル油、軸受油の(b)潤滑油0.5~95.0重量%にて表面処理して得た(a+b)表面処理膨脹黒鉛粉砕品0.5~90.0重量%を、フェノール樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂の熱硬化性樹脂、又はポリフェニレンサルファイド、ポリアセタール、ポリ4フッ化エチレン、ナイロン6、ナイロン11、ポリウレタンの熱可塑性樹脂の(c)有機結合剤10~99.5重量%と配合して成る高い表面強度を持たせて所望の形状に成形できる膨脹黒鉛粉末を利用したことを特徴とする潤滑性複合部材。

2. 高い表面強度を持たせて所望の形状に成形できる膨脹黒鉛粉末を利用した潤滑性複合部材の製造方法において、

天然黒鉛、キッシュ黒鉛、人造黒鉛を湿式酸化し、高温熱処理して膨脹させ、解砕して得られる(a)嵩比重0.01~0.50の膨脹黒鉛粉末5~99.5重量%を、タービン油、マシン油、スピンドル油、軸受油の(b)潤滑油0.5~95.0重量%に浸漬して表面処理を行う工程と、

該工程にて得られた表面処理膨脹黒鉛粉砕品(a+b)0.5~90.0重量%を、フェノール樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂の熱硬化性樹脂、又はポリフェニレンサルファイド、ポリアセタール、ポリ4フッ化エチレン、ナイロン6、ナイロン11、ポリウレタンの熱可塑性樹脂の(c)有機結合剤10~99.5重量%と配合して均一に混合する工程とから成ることを特徴とする膨脹黒鉛粉末を利用した潤滑性複合部材の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、高い表面強度を持たせて所望形状に成形できる膨脹黒鉛粉末を利用した潤滑性複合部材及びその製造方法に関するものである。すなわち、強度に優れ、しかも保液性に優れた膨脹黒鉛粉末を利用した潤滑性複合部材及びその製造方法に関するものである。

従来の、この種の黒鉛粉末入り潤滑油添加複合材料は、配合すべき充填材に潤滑油を予め浸漬させ、これをバンバリー、三本ロール等によって樹脂に練り込み製造している。この方法に依るものは、黒鉛粉末と、樹脂と間に必ず潤滑油が存在するようになり、黒鉛・樹脂間の結合を阻害し、更に潤滑油が樹脂を侵食し、樹脂に塑性を与え、強度、特に表面の硬度を失わせることになる。

本発明は、以上の欠点をなくす為になされたもので、強度、特に表面硬度を維持したままで、従来の通常の黒鉛入り潤滑性複合部材に比べ、多量の潤滑油を吸収し、より優れた潤滑性を与える膨脹黒鉛粉末を利用した潤滑性複合部材と、その製

造方法を提供しようとするものである。

本発明の潤滑性複合部材は、天然黒鉛、キッシュ黒鉛、人造黒鉛を湿式酸化し、高温熱処理して膨脹させ、解砕して得られる(a)嵩比重0.01~0.50の膨脹黒鉛粉末5~99.5重量%を、タービン油、マシン油、スピンドル油、軸受油の(b)潤滑油0.5~95.0重量%にて表面処理して得た(a+b)表面処理膨脹黒鉛粉砕品0.5~90.0重量%を、フェノール樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂の熱硬化性樹脂、又はポリフェニレンサルファイド、ポリアセタール、ポリ4フッ化エチレン、ナイロン6、ナイロン11、ポリウレタンの熱可塑性樹脂の(c)有機結合剤10~99.5重量%と配合して成る高い表面強度を持たせて所望の形状に成形できる膨脹黒鉛粉末を利用したことを特徴とする。

又、本発明は、高い表面強度を持たせて所望の形状に成形できる膨脹黒鉛粉末を利用した潤滑性複合部材の製造方法において、天然黒鉛、キッシュ黒鉛、人造黒鉛を湿式酸化し、高温熱処理して

膨脹させ、解砕して得られる(a)嵩比重0.01~0.50の膨脹黒鉛粉末5~99.5重量%を、タービン油、マシン油、スピンドル油、軸受油の(b)潤滑油0.5~95.0重量%に浸漬して表面処理を行う工程と、該工程にて得られた表面処理膨脹黒鉛粉砕品(a+b)0.5~90.0重量%を、フェノール樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂の熱硬化性樹脂、又はポリフェニレンサルファイド、ポリアセタール、ポリ4フッ化エチレン、ナイロン6、ナイロン11、ポリウレタンの熱可塑性樹脂の(c)有機結合剤10~99.5重量%と配合して均一に混合する工程とから成ることを特徴とする膨脹黒鉛粉末を利用した潤滑性複合部材の製造方法である。

ここで、前記の天然黒鉛、キッシュ黒鉛、人造黒鉛等については、普通高温熱処理に依る高度の膨脹の期待できる比較的大きな16~80メッシュの粒子を多く含む黒鉛粉末を用いる。これを濃硫酸・硝酸或いはその他の酸化剤、塩素酸カリウム、クロム酸カリウム、重クロム酸カリウム、過マン

ガン酸カリウム、過塩素酸、過硫酸アンモニウム等の酸化剤を添加して、湿式酸化して得られる酸化処理黒鉛は、850℃以上で熱処理する事に依り硫酸根を気化し、200倍以上に膨脹する事が知られている。こうして得られる膨脹黒鉛は、0.0022以上の嵩比重を示すため、このまま、有機結合剤、溶剤、油、水等に混入するのは困難である。このため膨脹黒鉛の粒子の層間を適宜切断することに依って嵩比重を0.01~0.50に落とし、粒径0.5~5000 μ とし、混合し易くする処理が必要になってくる。こうして得られた膨脹黒鉛粉末(a)の各粒子界面に(b)潤滑油を浸漬、塗布することにより、潤滑油処理膨脹黒鉛粉末(a+b)を得る。この潤滑油処理膨脹黒鉛粉末(a+b)は、有機結合剤、溶剤、油等に対して非常に濡れ易く、又(c)有機結合剤と混練した場合、従来の天然黒鉛、キッシュ黒鉛、人造黒鉛を同率添加して比較した場合、著しく強度が高い。これは、一般黒鉛粉末が含油性に欠けることから、(c)潤滑油が、黒鉛と有機結合剤との界面の間に、多量に介在することから、

結合力が弱く、加えて、潤滑剤が、可塑剤的に有機結合剤を犯し、強度低下を招くためである。更に、膨脹黒鉛粉末は、気孔率が高く、表面積が大きいため、吸油量が同等粒度の一般黒鉛粉末に比べ、5～100 倍の値を示すことから、含油量の割りに、その表面が粘つかず、同等粒度の一般黒鉛粉末に等量の潤滑油を与えた場合、練物のようになるのに対し、膨脹黒鉛粉末は、未だ、粉末の体裁を残していることも、強度低下が少なく済む一因である。

この(a)膨脹黒鉛粉末に、(b)潤滑油を表面処理する時に、嵩比重が0.01未満では、潤滑油に濡れにくく不可である。又、0.50を越えると、含油性が極端に失われ、一般黒鉛粉末と何らかわるところなく、不可である。又、その添加量であるが(a)膨脹黒鉛粉末が5.0 重量%未満では、含油率が高過ぎ、次工程での樹脂(c)への練り込みが充分にできなくて不可である。又、99.5重量%を越えると、含油率が低過ぎ、所期の潤滑特性が得られず不可である。次に、(a + b) 表面処理膨脹黒鉛粉末

ピン油50重量%に浸漬させて、表面処理を行った(a + b) 表面処理膨脹黒鉛粉末20重量%、(c)有機結合剤である熱硬化性フェノール樹脂(住友ベークライト) 株式会社製商品名PR-217) 80重量%と混合して得られた複合部材(a + b + c) を、温度150℃、圧力100 kg/cm²にて加熱加圧圧縮成形し、外径24mmφ、内径15mmφ、厚み20mmのリング状成形品を得た。

この成形品は摩擦係数0.07の潤滑性と、圧壊強度0.51kg/cm²の強度を有し、しかも表面硬度が大であり、優れた潤滑部材である。

因に、この場合、膨脹黒鉛粉末の代わりに、平均粒径300 μm F #12の天然黒鉛を用いてみたら、タービン油の吸収が悪く、成形性が悪く、又強度も悪く使用に不向きなものであった。これから本発明の十分な効果がかがわれる。

実施例 2

平均粒径300 μm F #12の天然黒鉛粉末を湿式酸化高温熱処理して膨脹させ、解砕して得られる(a)嵩比重0.01の膨脹黒鉛粉末65重量%を、(b)スピ

0.5～90.0重量%を、フェノール、メラミン、エポキシ、ポリイミド等の熱硬化性樹脂、或いは、ポリフェニレンサルファイド、ポリアセタール、ポリ4フッ化エチレン、ナイロン6、ナイロン11、ポリウレタン等の熱可塑性樹脂等の(c)有機結合剤10～99.5重量%と共に混練する工程に於いて、

(a + b) 膨脹黒鉛粉末が0.5 重量%未満では、所期の潤滑性を、成形品に与えられず、不可である。又、90.0重量%を越えると、成形が困難になり不可である。

本発明により製造された膨脹黒鉛粉末を利用した潤滑性複合部材の摩擦係数を調べた結果、摩擦係数は0.01～0.16であった。更にこの部材の圧壊強度を測り0.4 kg/cm²以上の値を得て、従来の潤滑性部材に比して優れていると判断した。以下に本発明の実施例について詳しく説明する。

実施例 1

平均粒径300 μm F #12の天然黒鉛粉末を湿式酸化高温熱処理して膨脹させ、解砕して得られる(a)嵩比重0.01の膨脹黒鉛粉末50重量%を、(b)ター

ンドル油35重量%に浸漬させて、表面処理を行った(a + b) 表面処理膨脹黒鉛粉末23重量%を、(c)エポキシ樹脂(ソマール工業株式会社製商品名エビフォームMC-902) 77重量%と配合して得られた複合部材(a + b + c) を、温度150℃、圧力80 kg/cm²にて加熱加圧圧縮成形し、外径24mmφ、内径15mmφ、厚み20mmのリング状成形品を得た。

この成形品は摩擦係数0.04の潤滑性と、圧壊強度0.75kg/cm²の強度を有し、しかも表面硬度が大であり、優れた潤滑部材である。

実施例 3

平均粒径50 μm の人造黒鉛粉末を湿式酸化し高温熱処理して膨脹させ、解砕して得られる(a)嵩比重0.10の膨脹黒鉛粉末26重量%を、(b)スピンドル油74重量%に浸漬させて、表面処理を行った(a + b) 表面処理膨脹黒鉛粉末37重量%を、有機結合剤であるフェノール樹脂(三井東圧化学株式会社製商品名シレックスXL-225) 63重量%と配合して得られた複合部材(a + b + c) を、温度150℃、圧力100 kg/cm²にて加熱加圧圧縮成形し、幅

10mm、長さ150mm、厚さ4mmの摺動部材成形品を得た。

この摺動部材成形品は、ビッカース硬度25.6で大きく、又、摩擦係数0.02と小さく、強度と潤滑性とが大きく、しかも表面硬度が大きい優れた潤滑部材である。

実施例4

平均粒径300 μ mの天然黒鉛粉末を湿式酸化し高温熱処理して膨脹させ、解砕して得られる(a)嵩比重0.10の膨脹黒鉛粉末45重量%を、(b)マシン油55重量%に浸漬させて、表面処理を行った(a+b)表面処理膨脹黒鉛粉末29.3重量%を、有機結合剤であるポリアセタール樹脂(ポリプラスチック社製商品名デュラコン)70.7重量%と配合して得られる複合部材(a+b+c)を、熱ロールで混合し、押出し成形して、外径25mm ϕ 、内径16mm ϕ 、高さ50mmのパイプ状の潤滑試験片を得た。

この試験片は、摩擦係数0.03、ビッカース硬度18.9という値を有し、しかも強度も大きく、優れた潤滑部材である。

実施例6

平均粒径300 μ mのキッシュ黒鉛を湿式酸化し高温熱処理して膨脹させ、解砕して得られる(a)嵩比重0.06の膨脹黒鉛粉末27.2重量%を、(b)ミネラルスピリット72.8重量%に浸漬させて、表面処理を行った(a+b)表面処理膨脹黒鉛粉末23.2重量%を、(c)有機結合剤であるポリ4フッ化エチレン(三井フロロケミカル会社製商品名テフロンK)76.8重量%と配合して得られる複合部材(a+b+c)を、温度250℃にて加圧加熱成形し、外径25mm ϕ 、内径16mm ϕ 、高さ50mmのパイプ状の潤滑試験片を得た。

この試験片は、摩擦係数0.05、ビッカース硬度20.7であり、潤滑部材としての潤滑性並びに強度を有しており、潤滑部材として優れていることを示している。

実施例7

平均粒径50 μ mの人造黒鉛粉末を湿式酸化し高温熱処理して膨脹させ、解砕して得られる(a)嵩比重0.20の膨脹黒鉛粉末33重量%を、(b)軸受油67重

因に、この場合、前記膨脹黒鉛粉末の代わりに、天然黒鉛粉末そのままを用いると、マシン油の吸収が悪く、成形性が悪く、試験片の硬度及び強度が得られなかった。

実施例5

平均粒径500 μ mのキッシュ黒鉛を湿式酸化し高温熱処理して膨脹させ、解砕して得られる(a)嵩比重0.06の膨脹黒鉛粉末47重量%を、(b)スピンドル油53重量%に浸漬させて、表面処理を行った(a+b)表面処理膨脹黒鉛粉末37.6重量%を、(c)有機結合剤であるポリアセタール樹脂(デュボン社製商品名デルリン)62.4重量%と配合して得られる複合部材(a+b+c)を、熱ロールで混合し、押出し成形して、外径25mm ϕ 、内径16mm ϕ 、高さ50mmのパイプ状の潤滑試験片を得た。

この試験片は、摩擦係数0.03、ビッカース硬度19.6を有し、潤滑性複合部材として、十分な潤滑性と強度とを有し、優れた潤滑用途に向けることができる。

量%に浸漬させて、表面処理を行った(a+b)表面処理膨脹黒鉛粉末50重量%を、(c)有機結合剤であるナイロン6(東レ株式会社製商品名CM1031)50重量%と共に、熱ロールで充分混合(a+b+c)し、押出し成形して、外径24mm ϕ 、内径15mm ϕ 、厚さ20mmの潤滑試験片を得た。これは摩擦係数0.02、圧壊強度0.58kgf/mm²を示し、優れた潤滑部材である。又、前記ナイロン6の代わりに、ダイセル株式会社製ダイアミド1642(商品名)を使用しても略々同様の結果が得られた。

特許出願人 日本黒鉛工業株式会社

代理人弁理士 杉 村 暁 秀

同 弁理士 杉 村 興 作

